

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

(11) N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

2 745 493

(21) N° d'enregistrement national :

96 02627

(51) Int Cl<sup>6</sup> : A 61 K 7/02, A 61 K 9/14, B 01 F 17/34 // (A 61 K 7/02,  
7:031, 7:035)

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 01.03.96.

(71) Demandeur(s) : L'OREAL SOCIETE ANONYME —  
FR.

(30) Priorité :

(72) Inventeur(s) :

(43) Date de la mise à disposition du public de la  
demande : 05.09.97 Bulletin 97/36.

(73) Titulaire(s) :

(56) Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : Se reporter à la fin du  
présent fascicule.

(74) Mandataire : L'OREAL.

(54) COMPOSITION ANHYDRE SOUS FORME DE POUDRE ET UTILISATION D'UN ESTER COMME LIANT DE  
POUDRES.

(57) L'invention concerne une composition anhydre sous  
forme de poudre comprenant un liant et un composé pulvé-  
rulent, caractérisée par le fait que le liant comprend au  
moins un ester liquide.

L'invention concerne également l'utilisation d'esters  
comme liant dans des compositions sous forme de poudre.

FR 2 745 493 - A1



La présente invention concerne une composition sous forme de poudre comprenant comme liant au moins un ester sélectionné, ainsi que l'utilisation de certains esters comme liant dans des compositions sous formes de poudres. La composition selon l'invention peut être utilisée dans les domaines cosmétiques, dermatologiques, pharmaceutiques et hygiéniques.

Dans le domaine des compositions cosmétiques poudreuses, sous forme de poudres compactes ou libres pour le maquillage du visage ou encore des poudres corporelles, il est connu d'utiliser, d'une part, une phase particulière comportant notamment des pigments et des charges et, d'autre part, une phase grasse à titre de liant comprenant des corps gras, destinée à conférer au produit fini une certaine densité, à donner une certaine cohésion aux particules minérales et/ou organiques de la phase particulière, à donner une douceur et une propriété émolliente au produit de maquillage et à favoriser son adhérence sur la peau.

Il est connu d'utiliser comme liant, des huiles d'origine pétrolière ou animale, ou bien encore des huiles de silicones, comme décrit dans le brevet US-A-5 023 075, ou des huiles fluorées comme décrit dans la demande EP-A-469 602.

L'élaboration de telles compositions soulève toutefois de nombreuses difficultés car la composition finale doit être suffisamment homogène et compacte pour présenter une bonne aptitude au prélèvement et pour éviter par ailleurs une fragmentation pouvant être provoquée notamment par des chocs.

De plus, pour permettre l'application d'un produit homogène, il est nécessaire que les particules solides soient bien dispersées. Or, les liants couramment utilisés ne permettent pas d'obtenir des dispersions de poudres satisfaisantes.

La présente invention a pour but de pallier les inconvénients de l'art antérieur et de proposer une composition sous forme de poudre présentant une bonne dispersion des particules solides. De plus, lorsque la composition est compactée, celle-ci présente une bonne cohésion : la composition ainsi obtenue est plus solide, plus résistante aux chocs et ne se fragmente pas aisément.

Le demandeur a découvert de façon inattendue et surprenante que la dispersion des poudres pouvait être améliorée en utilisant des esters particuliers.

L'invention a donc pour objet une composition anhydre sous forme de poudre comprenant un liant et un composé pulvérulent, caractérisée par le fait que le liant comprend au moins 90 % en poids, par rapport au poids total de liant de la composition, d'une composition liante contenant :

- (i) au moins 20 % en poids, par rapport au poids total de la composition liante, d'au moins un ester liquide à température ambiante comprenant au moins deux

chaines hydrocarbonées, chaque chaîne hydrocarbonée comportant, indépendamment, au moins 10 atomes de carbone, ledit ester ne comportant pas de groupement hydroxyle et ayant une mouillabilité allant de 30 secondes à 10 minutes,

5 - (ii) l'éventuel complément à 100 % en poids par rapport au poids total de la composition liante, d'au moins un corps gras compatible avec ledit ester.

L'invention a également pour objet l'utilisation de la composition liante telle que décrite précédemment comme liant dans une composition anhydre sous forme de 10 poudre.

L'invention a également pour objet l'utilisation de la composition liante telle que décrite précédemment dans une composition anhydre sous forme de poudre, afin d'améliorer la solidité et/ou la résistance notamment aux chocs de ladite composition anhydre.

L'invention a aussi pour objet l'utilisation des esters précédemment décrits dans une composition anhydre comprenant des poudres comme agent d'aide à la dispersion des poudres.

20 Avantageusement, la composition liante peut contenir au moins 30 %, et de préférence au moins 45 %, en poids dudit ester, ou d'un mélange, par rapport au poids total de la composition liante.

25 Selon l'invention, les chaines hydrocarbonées de l'ester peuvent comporter, indépendamment, de préférence de 12 à 40 atomes de carbone.

On entend par esetr liquide dans la présente description un ester apte à s'écouler à température ambiante.

30 La mouillabilité de l'ester selon l'invention est déterminée selon le protocole décrit avant les exemples d'illustration. Elle est comprise entre 30 secondes et 10 minutes et de préférence entre 50 secondes et 9 minutes.

35 Avantageusement, l'ester peut être choisi parmi le tri-isostéarate de glycéryle, le stéarate d'isocétyle, le stéarate de stéaroyl octyldécyle, le laurate d'isodécyle, ou leur mélange.

40 Bien entendu, la composition liante selon l'invention peut être constituée en totalité d'un ou de plusieurs esters en mélange tels que définis précédemment.

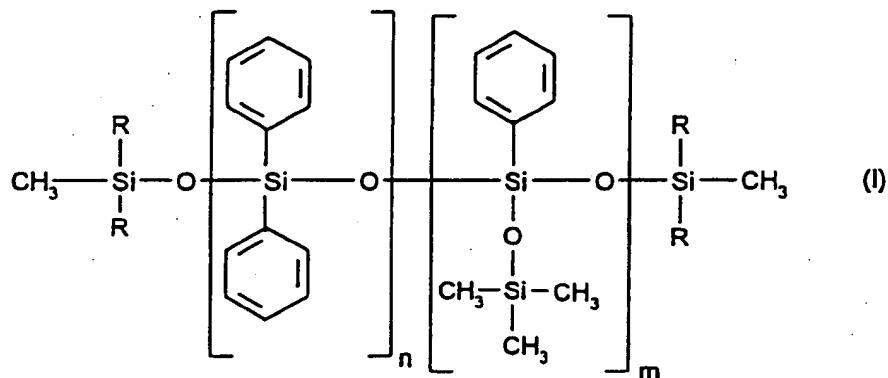
Par corps gras compatibles avec l'ester, on entend dans la présente description tout composé insoluble dans l'eau dont le mélange avec l'ester est limpide et ho-

mogène après conservation pendant 2 mois à 45°C, c'est-à-dire que le mélange ne forme qu'une seule phase sans apparition de trouble.

Avantageusement, le corps gras compatible a une viscosité, à 25°C, de  $10^{-6}$  m<sup>2</sup>/s  
5 à  $10^{-3}$  m<sup>2</sup>/s.

De préférence, le corps gras compatible peut être choisi parmi les silicones phényles, les alkyl(C<sub>6</sub>-C<sub>30</sub>) diméthicones, la chaîne alkyle pouvant être interrompue par une fonction ester, les alcoxy(C<sub>6</sub>-C<sub>30</sub>) diméthicones, les poly  $\alpha$ -oléfines, ou  
10 leur mélange.

Les silicones phényles sont de préférence choisies parmi les huiles siliconées phényles notamment les polyphénylméthylsiloxanes ou les phényltriméthicones, ou leurs mélanges, et en particulier les huiles siliconées phényles répondant à la  
15 formule (I) suivante :



dans laquelle

20 . R est un radical alkyle en C<sub>1</sub>-C<sub>30</sub>, un radical aryle ou un radical aralkyle,  
.. n est un nombre entier compris entre 0 et 100,  
.. m est un nombre entier compris entre 0 et 100, sous réserve que la somme  
m+n est comprise entre 1 et 100.

De préférence, R est un radical méthyle, éthyle, propyle, isopropyle, décyle, do-  
25 décyle ou octadécyle, ou encore un radical phényle, tolyle, benzyle ou phé-  
néthyle.

Parmi ces huiles phényles, on peut citer l'huile BELSIL PDM1000 de WACKER, les huiles DC556 ou SF558 de DOW CORNING, l'huile ABIL AV8853 de GOLDSCHMIDT ou l'huile SILBIONE 70633V30 de RHONE POULENC.

30 Les poly- $\alpha$ -oléfines peuvent être en particulier :  
- de type polybutène, hydrogéné ou non, et de préférence polyisobutène, hydrogéné ou non.

On utilise de préférence les oligomères d'isobutylène de poids moléculaire inférieur à 1000 et leurs mélange avec des polyisobutylènes de poids moléculaire supérieur à 1000 et de préférence compris entre 1000 et 15000.

A titre d'exemples de poly- $\alpha$ -oléfines utilisables dans le cadre de la présente invention, on peut plus particulièrement mentionner les produits vendus sous le nom de PERMETHYL 99 A, 101 A, 102 A, 104 A (n=16) et 106 A (n=38) par la Société PRESPERSE Inc, ou bien encore les produits vendus sous le nom de ARLAMOL HD (n=3) par la Société ICI (n désignant le degré de polymérisation),  
- de type polyisoprène.

10 De tels produits sont vendus par exemple sous les dénominations SYNTHESQUAL par la société VEVY.  
- de type polydécène, hydrogéné ou non.

De tels produits sont vendus par exemple sous les dénominations ETHYLFLO par la société ETHYL CORP., et d'ARLAMOL PAO par la société ICI.

15 Plus particulièrement, on peut utiliser comme corps gras compatible les silicones phénylées et avantageusement les phényltriméthicones, et les polydécènes.

En plus de la composition liante, le liant peut comprendre à un taux ne dépassant pas 10 % en poids du poids total de liant, d'autres corps gras couramment utilisés tels que les cires d'origine végétale, animale ou de synthèse, les huiles fluorées, la lanoline. Ces corps gras supplémentaires sont choisis de manière à ne pas modifier les propriétés avantageuses de dispersion et de cohésion conférées par la composition liante selon l'invention.

25 Le liant peut être présent à raison de 1-30 %, de préférence de 3-25 % en poids, par rapport au poids total de la composition.

Les composés pulvérulents présents dans la composition peuvent être choisis parmi les pigments, les nacres, et/ou les charges. Ils sont de préférence présents à raison de 70-99% en poids de la composition.

30 Parmi les pigments, qui peuvent être présents à raison de 0,5-80% en poids, on peut citer les pigments minéraux tels que le dioxyde de titane (rutile ou anatase) éventuellement traité en surface, les oxydes de fer noir, jaune, rouge, le violet de manganèse, le bleu outremer, le violet d'outremer, l'oxyde de chrome anhydre ou hydraté et le bleu ferrique. Les pigments organiques peuvent être choisis parmi le noir de carbone, les pigments de type D & C, et les laques à base de carmin de cochenille.

35 Les nacres, qui peuvent être présentes à raison de 0-50% en poids, peuvent être choisis parmi les pigments nacrés tels que le mica recouvert de pigments organiques et/ou minéraux tel que l'oxyde de titane ou l'oxychlorure de bismuth, le mica titane recouvert de pigments organiques et/ou minéraux tel que les oxydes de fer,

le bleu ferrique ou l'oxyde de chrome, ainsi que les pigments nacrés à base d'oxychlorure de bismuth.

Les charges, qui peuvent être présentes à raison de 0,1-95% en poids dans la composition, peuvent être minérales ou organiques, lamellaires ou sphériques.

- 5 On peut citer le talc, le mica, la silice, le kaolin, les poudres de Nylon, de poly-β-alanine et de polyéthylène, le Téflon, la lauroyl-lysine, l'amidon, le nitre de bore, l'oxychlorure de bismuth, les poudres de polymères de tétrafluoroéthylène, les poudres de polyméthylméthacrylate, les poudres de polyuréthane, les poudres de polystyrène, les poudres de polyester, les microsphères creuses telles que
- 10 l'Expancel (Nobel Industrie), le polytrap (Dow Corning) et les microbilles de résine de silicone (Tospearls de Toshiba, par exemple), les oxydes de zinc et de titane, le carbonate de calcium précipité, le carbonate et l'hydrocarbonate de magnésium, l'hydroxyapatite, les microsphères de silice creuses (SILICA BEADS de MAPRECO), les microcapsules de verre ou de céramique; les savons métalliques dérivés d'acides organiques carboxyliques ayant de 8 à 22 atomes de carbone, de préférence de 12 à 18 atomes de carbone, par exemple le stéarate de zinc, de magnésium ou de lithium, le laurate de zinc, le myristate de magnésium.
- 15

La composition selon l'invention peut également comprendre d'autres additifs couramment utilisés, notamment dans le domaine cosmétique. Ces additifs sont choisis en fonction de l'effet souhaité pour la composition finale lors de l'application, tel que la couvrance, la transparence, la matité et/ou l'aspect satiné. On peut citer sans limitation les filtres solaires, les vitamines, les agents hydratants, les agents cicatrisants, les agents adoucissants, les agents émollients, les agents anti-acné, des parfums, des agents antiseptiques ou des agents astringents qui sont notamment utilisés dans les poudres désodorisantes ou dans les poudres pour bébés.

- 20
- 25

Les procédés de fabrication des compositions selon l'invention ne diffèrent en rien des procédés classiquement utilisés, notamment en cosmétique, et parfaitement connus de l'homme de l'art.

- 30

La composition selon l'invention se présente sous forme anhydre.

- 35 Par composition anhydre, on entend dans la présente description une composition exempte d'eau sans pour autant exclure l'eau de cristallisation des ingrédients utilisés ainsi que l'eau résultant de l'humidité de l'air ambiant qui peut être présent dans la composition, notamment pendant le stockage.
- 40 La composition peut ainsi être une poudre libre ou une poudre compactée. Lorsque l'on souhaite préparer une composition à base de plâtre/gypse, on peut la préparer en formant un mélange des poudres et des corps gras dans une phase

aqueuse, puis couler le mélange obtenu et laisser sécher et prendre en masse. Dans ce cas, la composition est obtenue par coulage.

La composition selon l'invention peut être utilisée comme fard à joues, fard à paupière, fond de teint, comme poudre libre pour le maquillage du visage, ou bien encore comme poudre corporelle, parfumée ou désodorisante, y compris de poudre pour les pieds.

10 **Protocole de détermination de la mouillabilité des esters :**

On prépare une poudre ayant la composition suivante :

**phase A**

|    |   |         |
|----|---|---------|
| 15 | - talc (15 M 00 de LUZENAC)                                 | 24,6 g  |
|    | - mica (MICA CONCORD 1000 DE SCIAMA)                        | 23,55 g |
|    | - oxychlorure de bismuth (PEARL-GLO UVR de ISP)             | 8,55 g  |
|    | - stéarate de zinc (Stéarate de zinc S de TISSCO)           | 3,2 g   |
|    | - polyamide-12 (ORGASOL 2002 D Nat Extra Cos de ATOCHEM)    | 21,4 g  |
| 20 | - dioxyde titane (HOMBITAN ANATASE FF PHARMA de SACHTLEBEN) | 2,15 g  |

**phase B**

|    |  |        |
|----|--|--------|
| 25 | - oxyde de fer noir (SICOMET noir 85 E 172 de BASF)  | 6,4 g  |
|    | - oxyde de fer rouge (SICOMET brun ZP 3569 de BASF)  | 6,95 g |
|    | - oxyde de fer jaune (SICOMET noir 10 E 172 de BASF) | 3,2 g  |

On pèse les constituants de la formule et on mélange efficacement pendant 15 minutes avec un mélangeur haute vitesse, jusqu'à obtention d'un mélange homogène. Puis on tamise la poudre sur un tamis de 160 µm.

On pèse exactement 2,5 g de poudre préparée que l'on introduit dans une matrice de compactage munie d'une coupelle possédant les dimensions suivantes : longueur: 28 mm , largeur: 23 mm , hauteur: 3,5 mm.

35 Puis on compacte la poudre à une pression de 10<sup>7</sup> Pa - 100 bars - (diamètre du piston:27 mm), à l'aide d'une compacteuse manuelle de type Kemwall, munie d'une trame de compactage, pour obtenir une dureté de 72 Shore A mesurée avec un duromètre Zwick.

40 Sur la poudre ainsi compactée, on dépose une goutte du liquide à tester à l'aide d'une pipette Pasteur propre. On dépose la goutte à la surface de la poudre compactée après avoir vérifié visuellement qu'aucune aspérité n'était visible en surface.

On chronomètre alors le temps nécessaire à la goutte pour s'absorber totalement à la surface du compact, l'absorption étant réalisée lors de la matification de la surface.

Le temps mesuré correspond à la valeur de mouillabilité du liquide testé.

5

On va maintenant donner des exemples illustrant la présente invention sans toutefois la limiter.

10 **Exemples comparatifs :**

On a comparé 16 esters différents au niveau de leurs propriétés de dispersion de poudres compactées.

15 On a tout d'abord préparé une formule de base ayant la composition suivante :

**Formule de base :**

**Phase A :**

|    |                          |      |
|----|--------------------------|------|
| 20 | - talc                   | 23 g |
|    | - oxychlorure de bismuth | 8 g  |
|    | - stéarate de zinc       | 3 g  |
|    | - mica                   | 22 g |
|    | - poudre de polyamide-12 | 20 g |
| 25 | - dioxyde de titane      | 2 g  |

**Phase B :**

|    |                      |       |
|----|----------------------|-------|
| 30 | - oxyde de fer noir  | 6 g   |
|    | - oxyde de fer rouge | 6,5 g |
|    | - oxyde de fer jaune | 3 g   |

**Phase C :**

|  |                |       |
|--|----------------|-------|
|  | - ester étudié | 6,5 g |
|--|----------------|-------|

35 La composition de base a été préparée en mélangeant les constituants de la phase A et de la phase B puis on a ajouté la phase C (ester) goutte à goutte et on a mélangé à nouveau. Puis on a tamisé puis compacté 2 g de poudre dans une coupelle métallique possédant les dimensions suivantes :

longueur: 28 mm , largeur: 22 mm , hauteur: 3,5 mm,

40 à une pression de  $6.10^6$  Pa - 60 bars - (diamètre du piston:27 mm), à l'aide d'une compacteuse manuelle de type Kemwall.

Puis on a évalué pour chaque ester testé la qualité de dispersion de la poudre compactée obtenue, selon les critères suivants :

- dispersion bonne : couleur uniforme sans présence de points blancs ou de taches

5 - dispersion moyenne : présence de nombreux petits points blancs et/ou taches à la surface du compact

- dispersion très mauvaise : taches très visibles

On a également mesuré la cohésion du compact par mesure de la perte de masse de poudre après 10 chutes normalisées d'une hauteur de 20 cm. On a évalué la cohésion selon la notation suivante :

++ : très bonne cohésion

+ : cohésion correcte

0 : mauvaise cohésion

15 00 : cohésion très mauvaise

On a obtenu les résultats suivants :

| ESTER                             | MOUILLABILITE | DISPERSION    | COHESION    |
|-----------------------------------|---------------|---------------|-------------|
| isocétyl stéarate (*)             | 53 sec        | bonne         | ++          |
| octyldodécyl stéaroyl stéarate(*) | 3 min 30 sec  | bonne         | ++          |
| glycéryl tri-isostéarate (*)      | 8 min 35 sec  | bonne         | ++          |
| laurate d'isodécyle (*)           | 39 sec        | bonne         | non mesurée |
| palmitate d'éthyle-2 hexyle       | 25 sec        | moyenne       | 00          |
| stéarate d'éthyle-2 hexyle        | 30 sec        | moyenne       | 00          |
| di-isopropyl adipate              | 7 sec         | moyenne       | 00          |
| isononyl isononanoate             | 9 sec         | moyenne       | ++          |
| isopropyl palmitate               | 14 sec        | moyenne       | 00          |
| isostéaryl néopentanoate          | 28 sec        | moyenne       | ++          |
| octyldodécyl néopentanoate        | 35 sec        | moyenne       | +           |
| néopentyl glycol octanoate        | 29 sec        | moyenne       | 0           |
| pentaérythrityl tétra-isostéarate | 12 min 45 sec | très mauvaise | 00          |

|   |               |               |    |
|---|---------------|---------------|----|
| propylène glycol isostéarate                      | 1 min 44 sec  | très mauvaise | ++ |
| glycéryl isostéarate                              | 33 min 30 sec | très mauvaise | ++ |
| polyglycéryl (3 motifs de glycérol) diisostéarate | 1 h 30 min    | très mauvaise | ++ |

(\*) ester selon l'invention

On constate que seuls les esters selon l'invention permettent d'obtenir des pou-  
 5 dres compactées présentant une bonne dispersion et une bonne cohésion des poudres.

Exemple 1 :

10

On a préparé un fard à joues ayant la composition suivante :

Phase A :

15

|                                  |        |
|----------------------------------|--------|
| - sulfate de calcium semihydraté | 24 g   |
| - talc                           | 22,2 g |
| - talc enrobé lauroyl lysine     | 12 g   |
| - billes de silice               | 8 g    |
| - mica                           | 22 g   |

20

Phase B :

|                      |       |
|----------------------|-------|
| - oxyde de fer rouge | 3,5 g |
| - oxyde de fer jaune | 1 g   |
| - oxyde de fer noir  | 0,5 g |

25

Phase C :

|   |       |
|---|-------|
| - tri-isostéarate de glycéryle  | 3 g   |
| - phényle triméthylsiloxy trisiloxane<br>(DC 556 FLUID COSMETIC de DOW CORNING) | 3 g   |
| - polysorbate-20  | 0,8 g |

30

La composition a été préparée en mélangeant les constituants de la phase A et de la phase B, puis en ajoutant la phase C goutte à goutte et en mélangeant à nouveau. Le mélange obtenu a ensuite été dispersé dans 70 parties d'eau pour 100 parties de mélange de poudre pour obtenir une pâte fluide.

35

La pâte a ensuite été coulée dans un moule de forme bombée.

Après avoir laisser reposé pendant 2 heures à température ambiante, le produit a été chauffé en étuve à 45 degrés pendant 12 heures. Puis on a démoulé le pro-

duit après séchage. Dans le produit sec, le sulfate de calcium se trouve sous forme de di-hydrate (eau de cristallisation).  
 Dans le produit obtenu, on a constaté une bonne dispersion des composés pulvérulents. La poudre est facile à déliter et présente une bonne douceur lors de l'application sur les joues.

**Exemple 2 :**

10 On a préparé un fard à paupières compacté ayant la composition suivante :

**Phase A**

|                             |      |
|-----------------------------|------|
| - talc                      | 63 g |
| - mica enrobé silicone      | 8 g  |
| 15 - poudre de polyéthylène | 5 g  |
| - mica-titane               | 10 g |

**Phase B**

|                      |     |
|----------------------|-----|
| - oxyde de fer rouge | 3 g |
| 20 - bleu d'outremer | 3 g |

**Phase C**

|                        |     |
|------------------------|-----|
| - stéarate d'isocétyle | 8 g |
|------------------------|-----|

25 On a mélangé les constituants de la phase A et de la phase B, puis ajouté la phase C goutte à goutte et on a mélangé à nouveau. Après tamisage, on a compacté la poudre dans une coupelle métallique. On a obtenu un fard à paupières présentant une bonne dispersion des poudres et une bonne cohésion.

30

**Exemple 3 :**

On a préparé un fard à paupières compacté ayant la composition suivante :

**Phase A**

|                          |      |
|--------------------------|------|
| - talc                   | 20 g |
| - mica                   | 10 g |
| - oxychlorure de bismuth | 8 g  |
| - mica-titane            | 40 g |

40

**Phase B**

|                           |     |
|---------------------------|-----|
| - oxyde de chrome anhydre | 6 g |
| - bleu d'outremer         | 2 g |

**Phase C**

|  |     |
|--|-----|
| - tri-isostéarate de glycéryle                       | 7 g |
| - polydécène hydrogéné (SILKFLO 366 NF de ALBEMARLE) | 7 g |

5

On a préparé la composition selon le même mode opératoire de l'exemple 2.

On a obtenu un fard à paupières présentant une bonne dispersion des poudres et une bonne cohésion.

10

**Exemple 4 :**

On a préparé un fard à joues compacté ayant la composition suivante :

15

**Phase A**

|   |        |
|---|--------|
| - talc                                  | 67,8 g |
| - mica                                  | 15 g   |
| - poudre de polyméthacrylate de méthyle | 6 g    |
| - laurate de zinc                       | 2 g    |

20

**Phase B**

|                       |       |
|-----------------------|-------|
| - violet de manganèse | 1,2 g |
| - oxyde de fer rouge  | 0,9 g |
| - oxyde de fer noir   | 0,1 g |

25

**Phase C**

|                        |       |
|------------------------|-------|
| - stéarate d'isocétyle | 2,1 g |
| - polydécène hydrogéné | 4,9 g |

30

On a préparé la composition selon le même mode opératoire de l'exemple 2.

On a obtenu un fard à paupières présentant une bonne dispersion des poudres et une bonne cohésion.

35

**Exemple 5 :**

On a préparé une poudre libre pour le visage ayant la composition suivante :

40

**Phase A**

|                                  |         |
|----------------------------------|---------|
| - mica                           | 65,05 g |
| - mica-titane-oxyde de fer jaune | 8 g     |
| - poudre de polyamide-12         | 20 g    |

|                         |       |
|-------------------------|-------|
| - hyaluronate de sodium | 0,1 g |
| - stéarate de zinc      | 3 g   |

Phase B

|   |                      |        |
|---|----------------------|--------|
| 5 | - oxyde de fer jaune | 0,4 g  |
|   | - oxyde de fer rouge | 0,3 g  |
|   | - oxyde de fer noir  | 0,15 g |

Phase C

|    |                                     |       |
|----|-------------------------------------|-------|
| 10 | - phényltriméthylsiloxy trisiloxane | 1,8 g |
|    | - tri-isostéarate de glycéryle      | 1,2 g |

La composition a été préparée selon le même mode opératoire que l'exemple 2, la poudre n'étant pas compactée mais utilisée à l'état libre. On constate que les composés pulvérulents sont bien dispersés et que la poudre s'applique facilement sur le visage et présente une bonne tenue.

20 Exemple 6 :

On prépare une poudre compactée pour le visage ayant la composition suivante:

Phase A

|    |                          |        |
|----|--------------------------|--------|
| 25 | - séricite               | 66,8 g |
|    | - mica                   | 15 g   |
|    | - poudre de polyamide-12 | 6 g    |
|    | - dioxyde de titane      | 2 g    |

30 Phase B

|                      |       |
|----------------------|-------|
| - oxyde de fer jaune | 2,5 g |
| - oxyde de fer rouge | 1,2 g |
| - oxyde de fer noir  | 0,5 g |

35 Phase C

|                                     |       |
|-------------------------------------|-------|
| - stéarate d'isocétyle              | 2,4 g |
| - polydécène hydrogéné              | 2,4 g |
| - phényltriméthylsiloxy trisiloxane | 1,2 g |

40 La composition a été préparée selon le même mode opératoire de l'exemple 2. On a obtenu une poudre compactée pour le visage présentant une bonne dispersion de la poudre ainsi qu'une bonne cohésion.

**Exemple 7 :**

On prépare une poudre compactée pour le visage ayant la composition suivante :

5

**Phase A**

|    |                        |        |
|----|------------------------|--------|
|    | - talc enrobé silicone | 20 g   |
|    | - mica                 | 35 g   |
|    | - dioxyde de titane    | 4,5 g  |
| 10 | - talc                 | 27,3 g |
|    | - stéarate de zinc     | 3 g    |

**Phase B**

|    |                      |       |
|----|----------------------|-------|
| 15 | - oxyde de fer jaune | 1,6 g |
|    | - oxyde de fer rouge | 0,9 g |
|    | - oxyde de fer noir  | 0,4 g |
|    | - conservateurs      | 0,3 g |

**Phase C**

|    |                                      |       |
|----|--------------------------------------|-------|
| 20 | - laurate d'isodécyle                | 4,9 g |
|    | - polyisoprène (SYNTHESQUAL de VEVY) | 2,1 g |

La composition a été préparée selon le même mode opératoire de l'exemple 2.

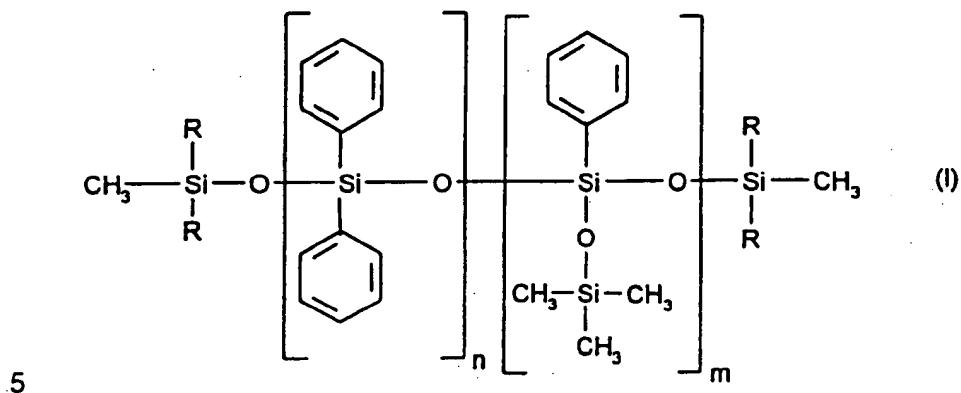
On a obtenu une poudre compactée pour le visage présentant une bonne dispersion de la poudre ainsi qu'une bonne cohésion. La poudre compactée peut être délitée à sec avec un applicateur classique (pinceau, mousse) ou bien à l'aide d'une éponge humide. On a constaté que la poudre s'applique facilement sur la peau et présente une bonne douceur.

30

## REVENDICATIONS

1. Composition anhydre sous forme de poudre comprenant un liant et un composé pulvérulent, caractérisée par le fait que le liant comprend au moins 90 % en poids, par rapport au poids total de liant de la composition, d'une composition liante contenant :
  - (i) au moins 20 % en poids, par rapport au poids total de la composition liante, d'au moins un ester liquide à température ambiante comprenant au moins deux chaînes hydrocarbonées, chaque chaîne hydrocarbonée comportant, indépendamment, au moins 10 atomes de carbone, ledit ester ne comportant pas de groupement hydroxyle et ayant une mouillabilité allant de 30 secondes à 10 minutes,
  - (ii) l'éventuel complément à 100 % en poids, par rapport au poids total de la composition liante, d'au moins un corps gras compatible avec ledit ester.
2. Composition selon la revendication 1, caractérisée par le fait que la composition liante contient au moins 30 %, et de préférence au moins 45 %, en poids par rapport au poids total de la composition liante, dudit ester ou d'un mélange.
3. Composition selon la revendication 1 ou 2, caractérisée par le fait que l'ester a une mouillabilité comprise entre 50 secondes et 9 minutes.
4. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que lesdites chaînes hydrocarbonées de l'ester comportent indépendamment de 12 à 40 atomes de carbone.
5. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que l'ester est choisi parmi le tri-isostéarate de glycéryle, le stéarate d'isocétyle, le stéarate de stéaroyl octyldécyle, le laurate d'isodécyle et leurs mélanges.
6. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que ledit corps gras compatible est choisi parmi les silicones phényles, les alkyl( $C_6-C_{30}$ ) diméthicones, la chaîne alkyle pouvant être interrompue par une fonction ester, les alcoxy( $C_6-C_{30}$ ) diméthicones, les poly  $\alpha$ -oléfines et leurs mélanges.
7. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que le corps gras compatible a une viscosité, à 25°C, de  $10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$  à  $10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ .

8. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que ledit corps gras compatible est choisi parmi les silicones phénolées de formule (I) :



dans laquelle

- . R est un radical alkyle en C1-C30, un radical aryle ou un radical aralkyle,
- . n est un nombre entier compris entre 0 et 100,
- 10 . m est un nombre entier compris entre 0 et 100, sous réserve que la somme m+n est comprise entre 1 et 100,

les poly- $\alpha$ -oléfines de type polybutène ou polydécène, et leurs mélanges.

15 9. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que le liant est présent à une teneur allant de 1 % à 30 %, et de préférence de 3 % à 25 %, en poids, par rapport au poids total de la composition.

20 10. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que les composés pulvérulents sont choisis parmi les pigments, les charges, les nacres et leurs mélanges.

25 11. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que les composés pulvérulents sont présents à une teneur allant de 70 % à 99 % en poids par rapport au poids total de la composition.

30 12 . Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'elle comprend en outre des additifs choisis parmi les filtres solaires, les vitamines, les agents hydratants, les agents cicatrisants, les agents adoucissants, les agents émollients, les parfums, les agents antiseptiques ou les agents astringents.

13. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'elle se présente sous forme de poudre libre, de poudre compactée ou de poudre obtenue par coulage.

5    14. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'elle se présente sous la forme de fard à joues, de fard à paupière, de fond de teint, de poudre libre pour le maquillage du visage, ou de poudre corporelle.

10    15. Utilisation d'une composition liante contenant :  
- (i) au moins 20 % en poids, par rapport au poids total de la composition liante, d'au moins un ester liquide à température ambiante comprenant au moins deux chaînes hydrocarbonées, chaque chaîne hydrocarbonée comportant, indépendamment, au moins 10 atomes de carbone, ledit ester ne comportant pas de groupement hydroxyle et ayant une mouillabilité allant de 30 secondes à 10 minutes,  
- (ii) l'éventuel complément à 100 % en poids, par rapport au poids total de la composition liante, d'au moins un corps gras compatible avec ledit ester, dans une composition anhydre sous forme de poudre,  
20    comme agent liant.

16. Utilisation d'une composition liante contenant :  
- (i) au moins 20 % en poids, par rapport au poids total de la composition liante, d'au moins un ester liquide à température ambiante comprenant au moins deux chaînes hydrocarbonées, chaque chaîne hydrocarbonée comportant, indépendamment, au moins 10 atomes de carbone, ledit ester ne comportant pas de groupement hydroxyle et ayant une mouillabilité allant de 30 secondes à 10 minutes,  
- (ii) l'éventuel complément à 100 % en poids, par rapport au poids total de la composition liante, d'au moins un corps gras compatible avec ledit ester, dans une composition anhydre sous forme de poudre, afin d'améliorer la solidité et/ou la résistance notamment aux chocs de ladite composition anhydre.

35    17. Utilisation d'un ester liquide à température ambiante comprenant au moins deux chaînes hydrocarbonées, chaque chaîne hydrocarbonée comportant, indépendamment, au moins 10 atomes de carbone, ledit ester ne comportant pas de groupement hydroxyle et ayant une mouillabilité allant de 30 secondes à 10 minutes, dans une composition anhydre comprenant des poudres, en tant qu'agent 40    d'aide à la dispersion desdites poudres.

18. Utilisation selon l'une des revendications 15 à 17, caractérisée par le fait que lesdites chaînes hydrocarbonées de l'ester comportent indépendamment de 12 à 40 atomes de carbone.
- 5 19. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 15 à 18, caractérisée par le fait que l'ester est choisi parmi le tri-isostéarate de glycéryle, le stéarate d'isocétyle, le stéarate de stéaroyl octyldécyle, le laurate d'isodécyle et leurs mélanges.

REPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
de la  
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE  
PRELIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

2745493

N° d'enregistrement  
national

FA 524712  
FR 9602627

| DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS   |  | Revendications concernées de la demande examinée |
|---|--|--|
| Catégorie   | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes  |  |
| X   | US-A-5 063 050 (VERDON DEBRA ET AL) 5 Novembre 1991<br>* colonne 2, ligne 8-54 *<br>* exemple 2 *<br>* revendications 1-4,8 *<br>---   | 1,2,4,5,<br>9-19                                 |
| X   | EP-A-0 036 199 (KANEBO LTD) 23 Septembre 1981<br>* page 9, ligne 16-26 *<br>* page 14, ligne 10-13 *<br>* page 16, ligne 16-20 *<br>* page 18, ligne 23-26 *<br>* page 19, ligne 1-5 *<br>* revendications 1,9-17 *<br>--- | 1,9-18   |
| X   | EP-A-0 665 008 (OREAL) 2 Août 1995<br><br>* page 3, ligne 44-47 *<br>* page 4, ligne 3-6 *<br>* page 4, ligne 25 *<br>* page 4, ligne 39-58 *<br>* page 5, ligne 2-7 *<br>-----  | 1,2,<br>4-10,<br>12-14                           |
|   |  | DOMAINES TECHNIQUES<br>RECHERCHES (Int.CL.6)     |
|   |  | A61K   |
| 2   | Date d'achèvement de la recherche  | Examinateur                                      |
|   | 22 Novembre 1996   | Sierra Gonzalez, M                               |
| CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES   |  |  |
| X : particulièrement pertinents à lui seul<br>Y : particulièrement pertinents en combinaison avec un autre document de la même catégorie<br>A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général<br>O : divulgation non-écrite<br>P : document intercalaire                                |  |  |
| T : théorie ou principe à la base de l'invention<br>E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.<br>D : cité dans la demande<br>L : cité pour d'autres raisons<br>& : membre de la même famille, document correspondant |  |  |